

**Method of compressing pyrogenically prepared silicic acid**Patent Number:  US4877595

Publication date: 1989-10-31

Inventor(s): KLINGLE REINHARD (DE); MANNER REINHARD (DE)

Applicant(s): DEGUSSA (DE)

Requested Patent:  EP0280851, B1

Application Number: US19880155709 19880216

Priority Number(s): DE19873706137 19870226; DE19873741846 19871210

IPC Classification: A01J21/00; B65B1/20; C01B33/12; C05B19/00

EC Classification: B01J2/22, B30B5/04, C09C1/30D4

Equivalents: BR8800742,  DE3741846, JP2025521C, JP63225518, JP7055817B**Abstract**

Pyrogenically prepared silicic acid is compressed by a rotary filter equipped with a pressing band.

Data supplied from the esp@cenet database - I2



Europäisches Patentamt  
European Patent Office  
Office européen des brevets

(11) Veröffentlichungsnummer:

0 280 851  
A1

(12)

## EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

(21) Anmeldenummer: 88100580.5

(51) Int. Cl. C09C 1/30 , C01B 33/18 ,  
B30B 5/04 , B01J 2/22

(22) Anmeldetag: 16.01.88

(30) Priorität: 26.02.87 DE 3706137  
10.12.87 DE 3741846

(71) Anmelder: Degussa Aktiengesellschaft  
Weissfrauenstrasse 9  
D-6000 Frankfurt am Main 1(DE)

(43) Veröffentlichungstag der Anmeldung:  
07.09.88 Patentblatt 88/36

(72) Erfinder: Klingel, Reinhard, Dr.  
Taunusstraat 6  
D-8755 Wasserlos(DE)  
Erfinder: Manner, Reinhard, Dr.  
Bonhoefferstrasse 17  
D-6457 Dörnigheim(DE)

(64) Benannte Vertragsstaaten:  
AT BE CH DE ES FR GB IT LI LU NL SE

(54) Verfahren zum Verdichten von pyrogen hergestellter Kieselsäure.

(57) Pyrogen hergestellte Kieselsäure wird mittels  
eines Drehfilters, der mit einem Preßband ausgestat-  
tet ist, verdichtet.

EP 0 280 851 A1

### Verfahren zum Verdichten von pyrogen hergestellter Kieselsäure

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zum kontinuierlichen Verdichten von pyrogen hergestellter Kieselsäure.

Es ist bekannt, pulverförmige Stoffe zu verdichten, indem man Unterdruck und mechanischen Druck an rotierenden gasdurchlässigen Flächen anwendet. Dabei bewegt sich die gesamte Filterfläche, die nicht der mechanischen Verdichtung dient oder mit mechanisch verdichtetem Material bedeckt ist, innerhalb eines geschlossenen Gehäuses in dem zu verdichtendem Material und fördert das Material zur Verdichtungsstelle. Vor der Verdichtung wird die Schichtdicke des unverdichteten Materials auf der Walze mittels eines Schabers eingestellt.

Das verdichtete Material wird mittels Abstreifvorrichtungen von den Wagen abgenommen und fällt nach unten zur Verpackung ab (DE-AS 11 29 459).

Bei Walzen mit einer Gewebebespannung muß der Schaber einen Mindestabstand von der Walzenoberfläche einhalten und kann somit die verdichtete Kieselsäure nicht vollständig abstreifen.

Die daraus resultierende Restschicht erweist sich von großem Nachteil. Zum einen wird hierdurch eine nicht unbeträchtliche Fördermenge festgehalten und zum anderen wird die Druckdifferenz an den Walzen so stark vermindert, daß der Verdichtungsgrad abnimmt.

Das bekannte Verfahren weist den Nachteil auf, daß eine sehr starke Verdichtung notwendig ist, um den Verlust an Verdichtung durch die Auflockerung des Produktes auf dem Weg von der Verdichtungsvorrichtung bis zur Abpackmaschine auszugleichen. Zur Erzielung eines bestimmten Verdichtungsgrades in der Verpackung ist es also notwendig, an der Verdichtungsvorrichtung eine wesentlich höhere Verdichtung einzustellen. Dabei ist die Gefahr gegeben, daß aufgrund der hohen Verdichtung die anwendungstechnischen Eigenschaften der pyrogen hergestellten Kieselsäure, verlorengehen.

Es ist bekannt, Acetylenruß durch Anwenden von mehreren Preßwalzen und umlaufenden Preßband in Verbindung mit Unterdruck einer als Vakuumdreh trommel ausgebildeten rotierenden Walze zu verdichten.

Der Acetylenruß wird frei fließend von oben einem sich verjüngenden Einzugsspalt zwischen einer in diesem Abschnitt unter Vakuum stehenden, mit Filtertuch und Siebmantel versehenen rotierenden Dreh trommel und einer rotierenden Einzugs walze mit umlaufendem luftdurchlässigem, elastischem Preßband zugeführt, vorverdichtet und zwischen der in diesem Abschnitt ebenfalls unter Va-

kuum stehenden rotierenden Dreh trommel und dem mitlaufenden elastischen, luftdurchlässigen Preßband in Verbindung mit mechanischem Druck rotierender, auf das Preßband wirkender Preßwalzen verdichtet (DDR-PS 43981).

Dieses bekannte Verfahren hat den Nachteil, daß es für die Verdichtung von pyrogen hergestellter Kieselsäure nicht anwendbar ist.

Bewegte pyrogen hergestellte Kieselsäure verhält sich im Gemisch mit Luft im Gegensatz zu dem Acetylenruß wie eine dünnflüssige Flüssigkeit.

Die Zugabe der frei fließenden pyrogenen Kieselsäure in den Einzugsspalt der bekannten Vorrichtung führt dazu, daß die pyrogene Kieselsäure wie Wasser aus der Vorrichtung herausfließt. Eine kontrollierte Verdichtung ist somit nicht möglich.

Es stellt sich somit die Aufgabe, ein Verfahren zu entwickeln, mittels der feinteilige Kieselsäure, die auf pyrogenem Wege hergestellt wurde, kontinuierlich verdichtet werden kann, wobei der in der Verdichtungsvorrichtung erzielte Verdichtungsgrad des verdichteten Produktes bis zum Verlassen der Abpackvorrichtung erhalten bleibt.

Gegenstand der Erfindung ist ein Verfahren zum Verdichten von pyrogen hergestellter Kieselsäure, welches dadurch gekennzeichnet ist, daß man die pyrogen hergestellte Kieselsäure mittels eines Vakuum-Drehfilters, der mit einem Preßband ausgestattet ist, verdichtet.

In einer bevorzugten Ausführungsform der Erfindung wird die pyrogen hergestellte Kieselsäure in einem Behälter vorgelegt, wobei der Vakuum-Drehfilter innerhalb dieses Behälters beweglich angeordnet ist.

Der erfindungsgemäß verwendete Drehfilter ist eine bekannte und im Handel erhältliche Vorrichtung, die bisher zur Abtrennung von Feststoffen aus Flüssigkeiten verwendet wurde.

Die Funktionsweise des erfindungsgemäß eingesetzten Drehfilters bzw. das erfindungsgemäß Verfahren wird an Hand der Zeichnung näher erläutert:

Die Figur zeigt den Produktvorratsbehälter 1, der zum Teil mit pyrogen hergestellter Kieselsäure gefüllt ist. In diesem Produkt dreht sich die Filtertrommel 2 mit ihrer Saugseite 3.

Der Verdichtungsgrad wird über die Vorspannung des Preßbandes 5 und insbesondere über die Anpreßrollen 6 eingestellt, wobei das Preßband zusätzlich über die Umlenkrollen 4 läuft.

Die Kraft P<sub>1</sub>, P<sub>2</sub> kann pneumatisch oder hydraulisch aufgebracht werden. Die Anzahl der Anpreßrollen kann variabel sein. Bevorzugt werden 1 bis 3 Anpreßrollen eingesetzt.

Die verdichtete pyrogen hergestellte Kie-

selsäure 7 wird an der Filtertrommel-Rückblaszone 8 von der Filtertrommel entfernt und mittels der Stachelradwalze 9 zerkleinert.

Die Verwendung der Stachelwalze 9 zum Zerkleinern der Schicht des verdichten Produktes ist jedoch nicht unbedingt notwendig.

Die Filtertrommel kann mit beliebiger Drehzahl, bevorzugt mit 0,1 bis 10 Umdrehungen pro Minute betrieben werden. Durch die Drehzahl wird jedoch nicht die Qualität der Verdichtung sondern nur der Durchsatz an Menge beeinflußt.

Das erfindungsgemäße Verfahren ist ein kontinuierliches Verfahren, bei dem der einmal erreichte Verdichtungsgrad erhalten bleibt. Eine Wiederbelüftung des verdichten Produktes findet nicht statt.

Die Ablösung der Schicht des verdichten Produktes von der Filtertrommel erfolgt durch eine Unterbrechung des Vakuums. Durch Abblasen mit nur geringem Luftdruck von 0,3 bar entgegen der ursprünglichen Filtrationsrichtung kann die Ablösung unterstützt werden.

Die Ablösung erfolgt vollständig, so daß eine Abstreifvorrichtung bzw. eine Austragsvorrichtung nicht erforderlich ist.

Der Filter wird nicht durch anhaftendes Produkt zugesezt, da keine umlaufende Restschicht vorhanden ist.

Es treten dadurch keine unerwünschten Druckverluste auf, d. h., die gesamte Druckdifferenz ist wirksam.

Der Drehfilter ist einfach gebaut. Die Tuchbe- spannung ist billig und ohne Demontage der Trommel austauschbar. Es sind keine teuren Sintermetallwalzen notwendig.

Die Regulierung des Verdichtungsgrades erfolgt mit Druckluft oder hydraulisch und nicht über die Walzenspaltbreite.

Der Verdichtungsgrad des Produktes kann in weiten Bereichen mit der gleichen Maschine einfach und schnell geändert werden. Der gezielte Verdichtungsverlauf kann durch mehrere Anpreßrollen eingestellt werden. Für eine konstante Verdichtung ist keine isostatische Lagerung notwendig.

Es erfolgt eine schonende, gleichmäßige Verdichtung auf der gesamten Fläche der Trommel ohne eine Scherung des Produktes.

In einer bevorzugten Ausführungsform des erfindungsgemäßen Verfahrens erfolgt eine langsame Dichtesteigerung im Eingangsbereich des Bandes.

Der Verdichtungsgrad des Produktes ist mindestens genauso groß wie bei den bekannten Verdichtungsverfahren. Überraschenderweise wird bei der Verdichtung von pyrogen, auf dem Wege der Flammenhydrolyse hergestellter Kieselsäure mit dem erfindungsgemäßen Verfahren eine höhere Verdichtung als mit bekannten Verfahren erzielt.

Aufgrund der allmählichen Steigerung der Verdichtung wird im Gegensatz zu der bekannten schnellen kurzeitigen Verdichtung mit hohen Kraftspitzen im Walzenspalt eine schonende Dichtesteigerung erreicht. Dies hat zur Folge, daß die anwendungstechnischen Eigenschaften der pulvörmigen Substanz in größerem Ausmaß erhalten bleiben als bei den bekannten Verdichtungsverfahren.

5 Die verdichtete, pyrogen auf dem Wege der Flammenhydrolyse hergestellte Kieselsäure ist leicht dispergierbar in Silikonkautschuk.

Trotz der wesentlich höheren Verdichtung der Kieselsäure weist die Silikonmasse die gleiche 10 Transparenz auf. Es werden keine Stippen festgestellt.

#### Beispiele:

20 a) Verdichtung von Aerosil 200 (Siloware) mittels der erfindungsgemäßen Vorrichtung

Stampfdichte von 140 - 190 g/l  
25 Druck an Preßwalzen 0 - 8 bar

Anzahl der Preßwalzen 3

Bei der Walzenverdichtung wurde nur einer Stampfdichte von 100 g/l erzielt.

b) Verdichtung von Aerosil R 972  
30 (hydrophob) mittels der erfindungsgemäßen Vorrichtung

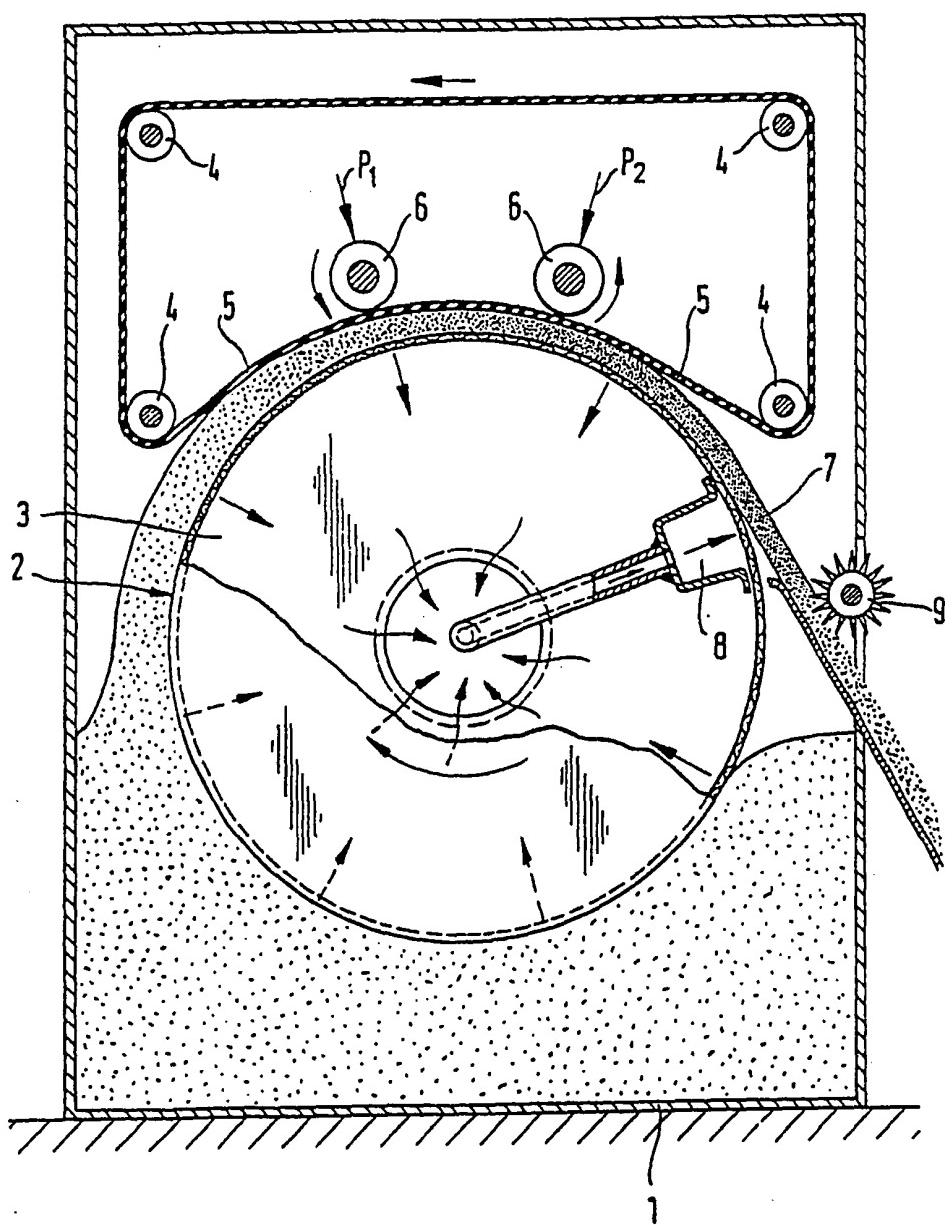
Stampfdichte von 90 - 120 g/l  
dieselben Preßbedingungen  
35 Bei der Walzenvorrichtung wurde nur eine Stampfdichte von 64 g/l erzielt.

Aerosil 200 ist eine pyrogen, auf dem Wege der Flammenhydrolyse von  $\text{SiCl}_4$  hergestellte Kieselsäure.

40 Aerosil R972 ist eine pyrogen, auf dem Wege der Flammenhydrolyse von  $\text{SiCl}_4$  hergestellte Kieselsäure, die hydrophobiert wurde.

#### 45 Ansprüche

1. Gegenstand der Erfindung ist ein Verfahren zum Verdichten von pyrogen hergestellter Kieselsäure, dadurch gekennzeichnet, daß man die pyrogen hergestellte Kieselsäure mittels eines Vakuum-Drehfilters, der mit einem Preßband ausgestattet ist, verdichtet.





Europäisches  
Patentamt

# EUROPÄISCHER RECHERCHENBERICHT

Nummer der Anmeldung

EP 88 10 0580

EINSCHLÄGIGE DOKUMENTE			
Kategorie	Kennzeichnung des Dokuments mit Angabe, soweit erforderlich, der maßgeblichen Teile	Betrifft Anspruch	KLASSIFIKATION DER ANMELDUNG (Int. Cl.4)
X	EP-A-0 010 655 (WACKER-CHEMIE) * Seite 2, Zeilen 13-15; Ansprüche 1,3 * ---	1	C 09 C 1/30 C 01 B 33/18 B 30 B 5/04 B 01 J 2/22
Y, D	DD-A- 43 981 (D. BRAUMANN et al.) * Spalte 4, Zeilen 16-29 * ---	1	
Y, D	DE-B-1 129 459 (DEGUSSA) * Anspruch 1 * -----	1	
RECHERCHIERTE SACHGEBiete (Int. Cl.4)			
C 09 C C 01 B B 30 B			
Der vorliegende Recherchenbericht wurde für alle Patentansprüche erstellt			
Recherchenort	Abschlußdatum der Recherche	Prüfer	
DEN HAAG	26-05-1988	VAN BELLINGEN I.C.A.	
KATEGORIE DER GENANNTEN DOKUMENTE			
X : von besonderer Bedeutung allein betrachtet Y : von besonderer Bedeutung in Verbindung mit einer anderen Veröffentlichung derselben Kategorie A : technologischer Hintergrund O : nichtschriftliche Offenbarung P : Zwischenliteratur	T : der Erfindung zugrunde liegende Theorien oder Grundsätze E : älteres Patentdokument, das jedoch erst am oder nach dem Anmeldedatum veröffentlicht worden ist D : in der Anmeldung angeführtes Dokument I : aus andern Gründen angeführtes Dokument ..... & : Mitglied der gleichen Patentfamilie, übereinstimmendes Dokument		